

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
УРАЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ЛЕСОТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

Кафедра технологии переработки пластмасс

В.М. Балакин
Е.Ю. Полищук

СЫРЬЕ И МАТЕРИАЛЫ ДЛЯ ПРОИЗВОДСТВА ПОЛИМЕРНЫХ КОМПОЗИТОВ

Методические указания
к лабораторному практикуму
для студентов 4 курса очной и заочной форм обучения
Направление 240502 «Химия и биология»

Екатеринбург
2008

Печатается по рекомендации методической комиссии инженерно-экологического факультета. Протокол № 3 от 13.12.2007.

Рецензент – доц., к.х.н. Литвинец Ю.И.

Редактор Н.А. Майер
Оператор А.А. Сидорова

Подписано в печать 15.09.2008	Поз. 43
Плоская печать	Формат 60×84 1/16 Тираж 100 экз.
Заказ	Печ.л 3,02 Цена 10 р.40 коп.

Редакционно-издательский отдел УГЛТА
Отдел оперативной полиграфии УГЛТА

СОДЕРЖАНИЕ

1. Содержание и программа коллоквиумов	5
1.1. Коллоквиум 1. Основные типы термопластичных полимеров, применяемые для получения композиционных материалов	5
1.2. Коллоквиум 2. Основные типы термореактивных полимеров, применяемые для получения композиционных материалов	5
1.3. Коллоквиум 3. Вспомогательные вещества, применяемые для получения композиционных материалов на основе термопластичных и термореактивных полимеров	5
1.4. Порядок выполнения и оформления лабораторных работ	6
2. Анализ основного сырья для получения композиционных материалов на основе термопластичных полимеров	7
2.1. Определение показателя текучести материала	7
2.2. Определение ударной вязкости по Шарпи	10
2.3. Определение предела прочности при статическом изгибе и определение модуля упругости при изгибе	12
2.4. Определение предела прочности на растяжение	16
2.5. Определение предела прочности при сжатии	19
2.6. Определение содержания воды по методу Дина и Старка	20
2.7. Определение плотности гидростатическим взвешиванием	22
3. Анализ основного сырья для получения композиционных материалов на основе термореактивных полимеров	23
3.1. Анализ фенолоформальдегидных олигомеров резольного и новолачного типа	23
3.1.1. Определение внешнего вида	23
3.1.2. Определение массовой доли сухого остатка	23
3.1.3. Определение условной вязкости	24
3.1.4. Определение массовой доли свободного фенола	25
3.1.5. Определение бромлируемых веществ	26
3.1.6. Определение массовой доли щелочи	28
3.1.7. Определение времени желатинизации	29
3.2. Анализ карбамидоформальдегидных олигомеров	29
3.2.1. Определение внешнего вида	29
3.2.2. Определение массовой доли сухого остатка	30
3.2.3. Определение условной вязкости	30
3.2.4. Определение массовой доли свободного формальдегида визуальным методом	31
3.2.5. Определение времени желатинизации	33
3.2.6. Определение концентрации водородных ионов (pH)	33
3.2.7. Определение предельной смешиваемости с водой	33
3.2.8. Определение массовой доли метилольных групп	34

3.3. Анализ эпоксидных смол	35
3.3.1. Определение внешнего вида	35
3.3.2. Определение массовой доли эпоксидных групп	35
3.3.3. Определение динамической вязкости	36
3.3.4. Определение содержания нелетучих и летучих веществ в эпоксидных смолах и композициях	37
3.3.5. Определение содержания гидроксильных групп в эпоксидных смолах и эпоксидированных соединениях	38
4. Анализ и изучение свойств вспомогательных веществ, применяемых для получения композиционных материалов на основе термопластичных и термореактивных полимеров	40
4.1. Анализ отвердителей аминного типа	40
4.1.1. Определение внешнего вида	40
4.1.2. Определение совместимости отвердителя с эпоксидными смолами	41
4.1.3. Определение времени желатинизации	41
4.1.4. Определение массовой доли титруемого азота	42
4.2. Анализ наполнителей	42
4.2.1. Определение насыпной плотности и удельного объема	42
4.2.2. Определение содержания влаги и летучих веществ	43
4.2.3. Определение степени дисперсности и однородности	44
4.3. Анализ пигментов	45
4.3.1. Определение масляного числа	45
4.3.2. Определение содержания влаги	45
4.4. Анализ пластификаторов	45
4.4.1. Определение кислотного числа	45
4.4.2. Определение числа омыления	46
4.5. Анализ пенообразователей	47
4.5.1. Определение массовой доли пероксида бензоила	47
4.5.2. Определение массовой доли пероксида водорода	48
4.6. Анализ антипиренов	49
4.6.1. Определение массовой доли свободного трикрезола в трикрезилфосфате	49
Список использованной литературы	51
Приложение	52

1. СОДЕРЖАНИЕ И ПРОГРАММА КОЛЛОКВИУМОВ

1.1. Коллоквиум 1. Основные типы термопластичных полимеров, применяемые для получения композиционных материалов

Дать сравнительную характеристику физико-механических, эксплуатационных свойств, марочного ассортимента и основные области применения следующих термопластичных полимеров:

- полиэтилен низкой, средней и высокой плотности, полипропилен, сополимеры этилена и пропилена;
- полистирол, сополимеры стирола с акрилонитрилом, метилметакрилатом, α - метилстиролом и др. Ударопрочный полистирол, АБС пластик ;
- полиметилметакрилат и его сополимеры, полиакрилонитрил;
- поливинилхлорид как сырье для получения винипластов, пластикатов и пластизолов;
- политетрафторэтилен, политрифторхлорэтилен, поливинилиденфторид;
- полиформальдегид, полифениленоксид, пентапласт;
- поликарбонаты, полиэтилентерефталат, полибутилентерефталат;
- полиамиды (ПА-6, ПА-66, ПА-610, ПА-12), полиимиды.

1.2. Коллоквиум 2. Основные типы термореактивных полимеров, применяемые для получения композиционных материалов

Дать сравнительную характеристику физико-механических, эксплуатационных свойств, марочного ассортимента и основные области применения следующих термореактивных полимеров:

- фенолоформальдегидные олигомеры резольного и новолачного типа. Модифицированные фенолоформальдегидные олигомеры;
- аминокформальдегидные олигомеры: карбамидоформальдегидные, меламинаформальдегидные, анилиноформальдегидные олигомеры. Модифицированные аминокформальдегидные олигомеры;
- ненасыщенные полиэфиры: полималеинаты, полифумараты, полиэфиракрилаты и форполимеры аллиловых эфиров многоосновных кислот;
- полиуретановые полимеры;
- эпоксидные связующие ароматической и алифатической природы;
- кремнийорганические связующие;
- алкидные смолы: глифталевые, пентафталевые и этрифталевые.

1.3. Коллоквиум 3. Вспомогательные вещества, применяемые для получения композиционных материалов на основе термопластичных и термореактивных полимеров:

- классификация вспомогательных веществ, применяемых в производстве полимерных композитов. Требования, предъявляемые к вспомогательным веществам;
- наполнители, основные виды наполнителей, их классификация. Охарактеризовать основные свойства дисперсных, волокнистых, листовых и объемных наполнителей;
- вспенивающие вещества и газообразователи. Химические, физические газообразователи (характеристика свойств и строение);
- модификаторы оптических свойств полимеров и композиций на их основе: оптические осветители, структурообразователи, красители и пигменты (классификация, характеристика свойств и строение);
- модификаторы поверхностных свойств полимеров: вещества, увеличивающие шероховатость поверхности, промоторы, антистатик (классификация, характеристика свойств и строение);
- вещества, улучшающие условия переработки полимеров: смазки, тиксотропные агенты и др. (классификация, характеристика свойств и строение);
- вещества, повышающие стойкость композиций при переработке и эксплуатации: фотостабилизаторы, антиоксиданты, биоциды и др. (классификация, характеристика свойств и строение);
- вещества, понижающие горючесть полимеров и полимерных композиций (классификация, характеристика свойств и строение).

1.4. Порядок выполнения и оформления лабораторных работ

Каждый студент во время проведения лабораторного практикума должен выполнить не менее трех лабораторных работ. Подготовить и сдать три теоретических коллоквиума:

- коллоквиум 1. Основные типы термопластичных полимеров, применяемые для получения композиционных материалов;
- коллоквиум 2. Основные типы термореактивных полимеров, применяемые для получения композиционных материалов;
- коллоквиум 3. Вспомогательные вещества, применяемые для получения композиционных материалов на основе термопластичных и термореактивных полимеров.

Порядок подготовки к выполнению работы и оформлению отчета

Студент, получив задание к лабораторной работе, должен ознакомиться с методикой выполнения работы, подготовить согласно программе теоретическую часть коллоквиума по соответствующей теме.

Перед началом занятия студент представляет преподавателю заготовку отчета по лабораторной работе, которая включает в себя:

1. Титульный лист (см. приложение).
2. Цели и задачи работы.
3. Краткое содержание коллоквиума по теоретической части со ссылкой на литературные источники.
4. Описание методики выполнения работы с приведением рисунка прибора, установки или основного узла испытательной машины и формул для расчета, характеристики исследуемого материала (заполняется после получения задания).
5. Полученные результаты испытаний или эксперимента.
6. Обработку первичных данных и оценку достоверности полученных результатов.
7. Сопоставительный анализ полученных результатов с показателями ГОСТа или ТУ испытуемого материала.
8. Список использованных источников, в том числе номера ГОСТов и ТУ.

К первому занятию студенту необходимо оформить заготовку отчета по выполнению лабораторной работы в соответствии с графиком выполнения работ и подготовиться к теоретическому коллоквиуму по теме и к коллоквиуму по ходу выполнения лабораторной работы.

На втором и последующих занятиях студент выполняет работу в соответствии с графиком, с предъявлением заготовки по отчету, сдает теоретический коллоквиум по следующей работе. Сдача коллоквиумов оценивается по пятибалльной системе.

На последнем занятии студенты сдают зачет.

2. АНАЛИЗ ОСНОВНОГО СЫРЬЯ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ТЕРМОПЛАСТИЧНЫХ ПОЛИМЕРОВ

2.1. Определение показателя текучести материала

Цель работы: ознакомиться с принципом работы экструзионного пластомера, методикой определения текучести расплава термопласта.

Показателем текучести расплава термопласта является скорость течения (индекс расплава). Его определяют как массу вещества в граммах, проходящую через стандартное сопло в течение 10 мин при определенной температуре и давлении. Скорость течения выражают в г/10 мин.

Материалы. Для испытания принимают образцы (по выбору преподавателя) в виде гранул, порошка, лент, пленки или другой формы, обеспечивающей его введение в отверстие экструзионной камеры. Порошкообразные материалы предварительно прессуют в таблетки во избежание образования пузырьков воздуха в экструдированных отрезках.

Оборудование, посуда и реактивы

Определение показателя текучести расплава термопластов проводят в экструзионном пластомере установленных размеров (рис. 2.1), измерительный узел которого состоит из экструзионной камеры 1, полого поршня 2 с направляющей головкой 3, капилляра 4 и дополнительного груза.

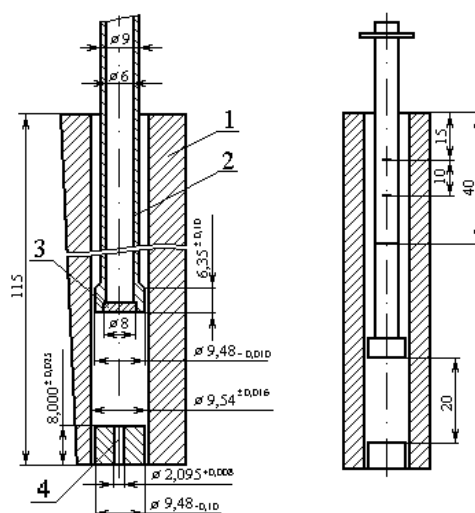


Рис. 2.1. Экструзионный пластомер для определения показателя текучести расплава термопластов

Дополнительный груз укладывается на втулку, находящуюся в верхней части штока поршня. На штоке поршня имеются четыре кольцевые отметки, расположенные как указано на рис. 2.1. Экструзионный пластомер – часть прибора типа ИИРТ, выпускаемого Тульским ОКБА Министерства химической промышленности.

Необходимая для испытания термопласта температура создается в испытательном канале пластомера электрическим нагревателем и поддерживается с заданной точностью с помощью автоматического бесконтактного регулятора температуры. Температура испытания для каждого термопласта выбирается в зависимости от его технологических свойств. Необходимое давление на материал создается с помощью поршня с грузом.

Рекомендуемые условия испытаний (температура, масса груза) для определения показателя текучести расплавов различных термопластов устанавливаются ГОСТом на эти материалы. Для некоторых термопластов эти условия приведены в табл. 2.1.

Таблица 2.1

Условия испытаний при определении показателя текучести расплава

Термопласт	Температура, °C	Масса груза, г
Полиэтилен ВД	$190 \pm 0,5$	2160
Полиэтилен НД	$190 \pm 0,5$	5000
Полипропилен	$230 \pm 0,5$	2160
Полистирол	$200 \pm 0,5$	5000

Объем материала, загружаемого в камеру пластомера, и промежутки времени, через которые следует срезать прутки, вытекающий из капилляра, зависят от предполагаемого показателя текучести расплава (ПТР) термопласта (табл. 2.2).

Таблица 2.2

Зависимость массы материала и промежутков времени, через которые следует отрезать вытекающий из капилляра прутки, в зависимости от ПТР

ПТР, г/10 мин	Масса образца, г	Интервал времени, с
0,1 – 0,5	4 - 5	240
0,5 – 1	4 - 5	120
1 – 3,5	4 - 5	60
3,5 – 10	6 – 8	30
10 - 25	6 - 8	10 - 15

Проведение испытания

Перед началом испытания экструзионную камеру и поршень выдерживают в течение 15 мин при температуре испытания. После этого в экструзионную камеру загружают навеску испытуемого материала и уплотняют ее. Вставляют в камеру поршень и помещают на втулку добавочный груз. После наложения груза материал начинает выдавливаться через капилляр. Как только нижняя кольцевая метка штока поршня опустится до верхней кромки экструзионной камеры, весь выдавленный материал срезают и отбрасывают. Одновременно начинают измерение скорости течения расплава до тех пор, пока верхняя метка штока поршня не опустится до верхней кромки экструзионной камеры.

Если объемная скорость течения расплава меньше 3 см/10 мин, измерение скорости течения производят на участке штока между двумя средними метками. Для измерения скорости течения расплава срезают выдавливаемые прутки материала через промежутки времени, указанные в табл. 2.2. Прутки, содержащие пузырьки воздуха, отбрасывают, число годных прутков должно быть не меньше трех. Полученные прутки взвешивают каждый в отдельности с точностью до 0,001 г. Массу прутка определяют как среднее арифметическое результатов взвешивания всех прутков.

После окончания работы с прибором его прочищают в горячем состоянии. Поршень вынимают и чистят тканью, смоченной в каком-либо подходящем растворителе. Капилляр прочищается медной проволокой и погружается в нагретый растворитель. Экструзионную камеру прочищают тканью, смоченной растворителем до блеска.

Обработка результатов

Показатель текучести расплава термопластов в г/ 10 мин вычисляют по формуле

$$\text{ПТР} = 600m_x/t ,$$

где m_x – масса прутка, г;

t – интервал времени между двумя последовательными срезаниями прутков, с.

2.2. Определение ударной вязкости по Шарпи

Цель работы: ознакомиться с принципом работы маятникового копра, методикой определения ударной вязкости.

Сущность метода заключается в испытании, при котором образец, лежащий на двух опорах, разрушается при ударе маятника, причем линия удара находится посередине между опорами и непосредственно напротив надреза у образцов с надрезом.

Материалы. Образцы (тип полимера указывает преподаватель) в виде брусков (рис. 2.2).

Оборудование, посуда и реактивы

Маятниковый копер жесткой конструкции (указать марку).

Штангенциркуль с точностью измерений до 0,1 мм.

Проведение испытания

Испытания проводят на восьми образцах. Тип образца с надрезом приведен на рис.2.2, а размеры – в табл. 2.3.

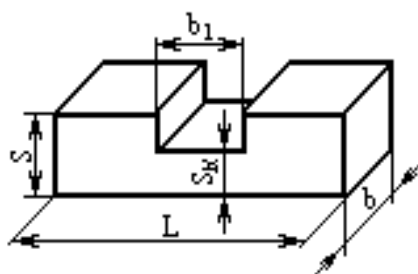


Рис. 2.2. Образец полимера с надрезом

Таблица 2.3

Тип и размеры образцов с надрезом

Тип образца	Тип надреза	Толщина под надрезом S_k	Ширина надреза b_1
1	A	$6,7 \pm 0,3$	$2 \pm 0,2$
	B	$8,0 \pm 0,3$	-
2	A	$2,7 \pm 0,2$	$2 \pm 0,2$
	B	$3,2 \pm 0,2$	-
3	A	$2,7 \pm 0,2$	$0,8 \pm 0,1$
	B	$3,2 \pm 0,2$	-

Примечание. Толщина образца под надрезом (S_k) должна составлять для типа A $2/3$ от толщины S и для типа B – $0,8$ от толщины S .

Тип и размеры образцов без надреза приведены в табл. 2.4.

Таблица 2.4

Тип и размеры образцов без надреза

Тип образца	Длина L , мм	Ширина b , мм	Толщина S , мм	Расстояние между опорами l , мм
1	120 ± 2	$15 \pm 0,5$	$10 \pm 0,5$	70
2	80 ± 2	$10 \pm 0,5$	$4 \pm 0,2$	60
3	50 ± 2	$6 \pm 0,2$	$4 \pm 0,2$	40

Испытание проводят при температуре $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ и относительной влажности $(50 \pm 5)\%$, по ГОСТ 12423 – 66.

Измеряют толщину и ширину образцов в трех местах с точностью до $0,01$ мм.

Устанавливают указатель шкалы энергии так, чтобы он касался ведущего кулачка, когда маятник (рис. 2.3) находится в положении, при котором бок маятника касается образца.

Образец помещают на опоры таким образом, чтобы боек маятника касался по всей ширине и располагался посередине образца.

Поднимают и закрепляют маятник, устанавливают указатель на шкале энергии и осторожно без рывка опускают маятник.

Отсчитывают по шкале значение энергии, затраченной на разрушение образца.

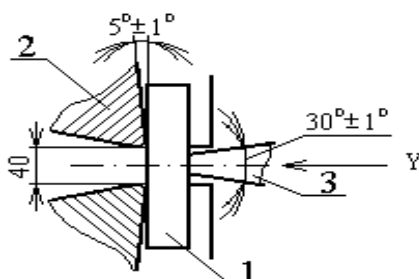


Рис. 2.3. Узел основного маятничкового копра: Y – направление удара; 1 – испытуемый материал; 2 – опора; 3 – маятник

Результаты испытаний вносят в таблицу.

Результаты испытаний полимера

№ п/п	$S_k(S)$, мм	b , мм	$A_k(A_n)$, кгс · см	$a_k(a_n)$, кДж/м ²

Обработка результатов

а) Ударную вязкость образца с надрезом (a_k) в кДж/м² вычисляют по формуле

$$a_k = \frac{A_k}{bS_k} 10^3,$$

где – A_k – энергия, затраченная на разрушение образца с надрезом, Дж;

b – ширина образца по его середине, мм;

S_k – толщина образца по его середине под надрезом, мм.

б) Ударную вязкость образца без надреза (a_n) в кДж/м² вычисляют по формуле

$$a_n = \frac{A_n}{bS} 10^3,$$

где – A_n – энергия, затраченная на разрушение образца без надреза, Дж;

b – ширина образца по его середине, мм;

S – толщина образца по его середине, мм.

За результат принимают среднее арифметическое восьми определений.

2.3. Определение предела прочности при статическом изгибе и определение модуля упругости при изгибе

Цель работы: ознакомиться с принципом работы разрывной машины, методикой определения статического изгиба и модуля упругости при изгибе.

Материалы. Для испытания используют образцы, изготовленные методом механической обработки или прессованием (тип полимера указывает преподаватель) в виде брусков прямоугольного сечения размером $10 \pm 0,2 \times 15 \pm 0,2 \times 120 \pm 2$ мм.

Оборудование

Разрывная машина (указать марку, тип или ГОСТ).

Штангенциркуль с точностью измерений до 0,1 мм.

Подготовка к испытанию

При испытании листовых и слоистых материалов толщиной менее 10 мм толщина образца остается равной толщине листа испытуемого материала, а размеры длины и ширины его должны соответствовать размерам, приведенным в табл.2.5 и на рис.2.4.

Таблица 2.5

Условия определения разрушающего напряжения при статическом изгибе

Размеры образцов, мм			Расстояние между опорами l , мм	Радиус закругления наконечника, передающего нагрузку R_2 , мм	Скорость движения подвижной головки машины v , мм
толщина, h	длина L	ширина b			
1,00 - 2,0	$35 \pm 1,5$	$15 \pm 0,2$	$20 \pm 0,3$	2	10 - 20
2,01 - 4,0	$55 \pm 1,5$	$15 \pm 0,2$	$40 \pm 0,3$	4	20 - 40
4,01 - 6,0	$80 \pm 2,0$	$15 \pm 0,2$	$60 \pm 0,5$	6	30 - 45
6,01 - 8,0	$100 \pm 2,0$	$15 \pm 0,2$	$80 \pm 0,5$	8	40 - 53,5
8,01 - 10,0	$120 \pm 2,0$	$15 \pm 0,2$	$100 \pm 0,5$	10	50 - 62,5

При изготовлении образцов из плит толщиной более 10 мм плиту срезают до толщины 10 мм только с одной стороны.

Образцы, изготовленные из литевых материалов методом литья под давлением, должны иметь форму бруска прямоугольного сечения размером $6 \pm 0,2 \times 4 \pm 0,2 \times 55 \pm 1$ мм.

Образцы должны иметь гладкую ровную поверхность без вздутий, сколов, трещин, раковин и других видимых дефектов.

Перед испытанием образцы кондиционируют по ГОСТ 32423 – 66 не менее 16 ч при температуре $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ и относительной влажности $(50 \pm 5)\%$.

Испытания производят при комнатной температуре на трех образцах. Перед испытанием измеряют ширину образца с погрешностью $\pm 0,1$ мм и толщину – с погрешностью $\pm 0,02$ мм и определяют площадь поперечного сечения.

Проведение испытаний

Испытание проводят при температуре $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ и относительной влажности $(50 \pm 5)\%$, по ГОСТ 12423 – 66.

Образец устанавливают широкой стороной (рис. 2.4) на опоры, имеющие закругленные края с радиусом R_1 , равным 1 мм.

Если образец подвергался механической обработке с одной стороны, то его кладут на опоры той стороной, которая не подвергалась механической обработке.

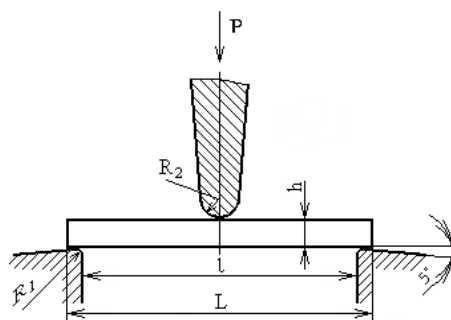


Рис. 2.4. Опоры для установки образца

Нагружение образца проводят в середине между опорами плавно, без толчков. Давящий стержень прибора имеет в нижней части закругление радиусом 10 мм. Скорость приложения нагрузки к образцу определяют скоростью движения подвижной головки машины, которая при испытании должна быть $2 \pm 0,5$ мм/мин.

В момент разрушения образца на циферблате прибора фиксируют величину прогиба в миллиметрах (стрела прогиба) и изгибающую нагрузку в килограммах.

Результаты испытаний вносят в таблицу.

Результаты испытаний полимера

№ п/п	h, мм	b, мм	F, Н	σ_f , МПа

Обработка результатов

Изгибающее напряжение (σ_f) в МПа при нагрузке вычисляют по формуле

$$\sigma_f = \frac{M}{W},$$

где M – изгибающий момент, Н · мм;

W – момент сопротивления сечения образца, мм³.

Изгибающий момент (M) в Н · мм вычисляют по формуле:

$$M = \frac{FL_v}{4},$$

где F – нагрузка, Н;

L_v – расстояние между опорами, мм.

Момент сопротивления сечения образца (W) в мм³ вычисляют по формуле

$$W = \frac{bh^2}{6},$$

где b – ширина образца, мм;

h – толщина образца, мм.

Отсюда:

$$y_f = \frac{3FL_v}{2bh^2}.$$

За результат испытания принимают среднее арифметическое всех параллельных определений.

Модуль упругости при изгибе (ГОСТ 9550-81) определяют на образцах тех же размеров и используют ту же испытательную машину, что и при определении изгибающего напряжения. Испытательная машина должна быть снабжена приспособлением, позволяющим менять наконечник, передающий нагрузку, и расстояние между опорами. Края опор должны иметь закругления радиусом 1 мм. Машина должна обеспечивать скорость сближения нагружающего наконечника и опор, соответствующую скорости деформации образца $(1,0 \pm 0,5) \%$ в минуту, а прогибомер должен обеспечивать измерение с погрешностью не более 0,01 мм. Количество образцов должно быть не менее трех.

Проведение испытаний

Образец укладывают на опоры широкой стороной и подвергают шестикратному нагружению - разгрузке при различных скоростях приложения нагрузки: 15 - 20 МПа в мин для материалов, прочность на изгиб которых выше 100 МПа, и 4 - 5 МПа для материалов, прочность на изгиб которых 100 МПа, и менее. Снимают показания при двух нагрузках: начальной P_0 , равной около 2 % от разрушающей нагрузки, и максимальной нагрузке - $P_{\text{макс}}$, составляющей 8 - 10 % от разрушающей нагрузки. Для каждого образца подсчет модуля упругости производят по данным трех замеров.

Результаты испытаний вносят в таблицу.

Результаты испытаний полимера

№ п/п	h, м	b, м	$P_{\text{макс}}$, кг	P_0 , кг	Δd	E, Па

Обработка результатов

Модуль упругости образца E (Па) рассчитывают по формуле

$$E_i = \frac{\Delta P l^3}{4bh^3 \Delta d},$$

где ΔP - приращение нагрузки ($P_{\text{макс}} - P_0$), кг;

l - расстояние между опорами, м;

b - ширина образца, м;

h - толщина образца, м;

Δd - среднее арифметическое приращение деформации прогиба, найденное по данным трех последних замеров, м.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое модуля упругости испытываемых образцов.

2.4. Определение предела прочности на растяжение

Цель работы: ознакомиться с принципом работы разрывной машины, методикой определения напряжения при растяжении и относительного удлинения при разрыве.

Материалы. Тип полимера указывает преподаватель.

Оборудование

Испытательная машина (указать марку, тип или ГОСТ).

Штангенциркуль с точностью измерений до 0,1 мм.

Отбор образцов

Образцы для испытания большинства материалов (термореактивные, термопластичные, слоистые) изготавливаются формированием или механической обработкой специальных заготовок. Для испытаний применяют образцы типов 1 - 3, размеры и форма которых указаны в табл. 2.6 и на рис. 2.5.

Испытания проводят на разрывных машинах, позволяющих измерять нагрузку с точностью до 1% от величины измеряемой силы со скоростью растяжения в пределах 10 - 20 мм/мин.

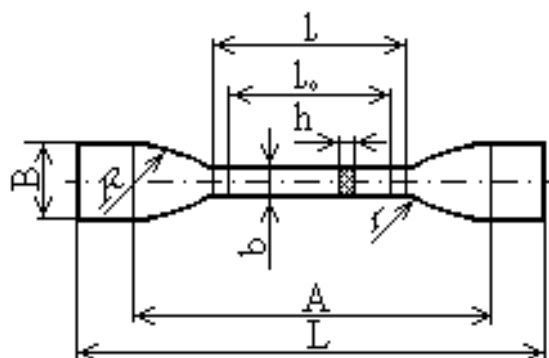
Образцы кондиционируют не менее 16 ч по ГОСТ 12423 – 66 при температуре $(23 \pm 2) ^\circ\text{C}$ и относительной влажности $(50 \pm 5) \%$.

Таблица 2.6

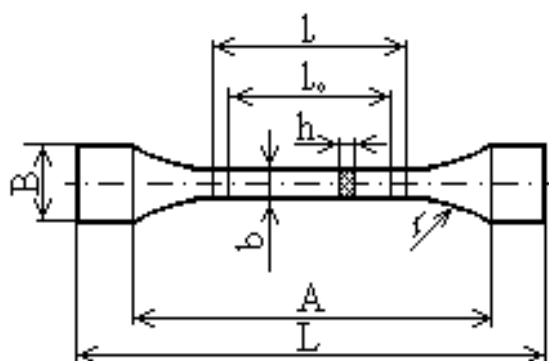
Размеры образцов

Параметр	Образец типа		
	1	2	3
Общая длина L, не менее	115	150	250
Расстояние между метками, определяющими положение кромок зажимов на образце А			
Длина рабочей части l	80 ± 5	115 ± 5	170 ± 5
Расчетная длина l_0	33 ± 1	$60 \pm 0,5$	-
Ширина головки В	25 ± 1	$50 \pm 0,5$	50 ± 1
Ширина рабочей части b	25 ± 1	$20 \pm 0,5$	$25 \pm 0,5$
Толщина h	$6 \pm 0,4$	$10 \pm 0,5$	-
	$2 \pm 0,2$	$4 \pm 0,4$	$2 \pm 0,2$
	(от 1 до 3)	(от 1 до 10)	(от 1 до 6)
Большой радиус закругления R	25 ± 1	-	-
Малый радиус закругления r	$14 \pm 0,5$	60	-

Тип 1



Тип 2



Тип 3

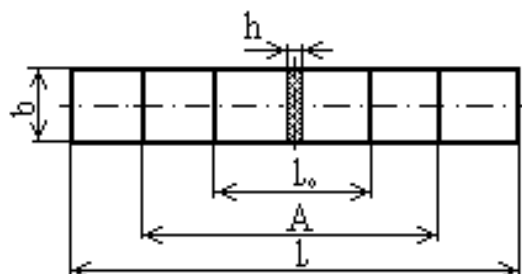


Рис. 2.5. Типы образцов для испытания

Проведение испытаний

Испытания проводят на пяти образцах. Перед испытанием на образцы наносят необходимые метки в соответствии с табл. 2.6 и рис. 2.5. Метки не должны ухудшать качество образцов или вызывать разрыв образцов в местах меток.

Толщину и ширину образцов измеряют в трех местах, в середине и на расстоянии 5 мм от меток, с точностью до 0,01 мм. Из полученных значений вычисляют средние арифметические величины, по которым вычисляют начальное поперечное сечение A_0 .

Образцы закрепляют в зажимы испытательной машины по меткам, определяющим положение кромок зажимов таким образом, чтобы продольные оси зажимов и ось образца совпадали между собой и направлением движения подвижного зажима. Зажимы равномерно затягивают, чтобы исключалось скольжение образца в процессе испытания, но при этом не происходило его разрушения в месте закрепления.

Результаты испытаний вносят в таблицу.

Результаты испытаний полимера

№ п/п	Материал	h, мм	b, мм	A ₀ , мм ²	F, Н	σ, МПа	ε, %

Обработка результатов

Значения прочности (σ) в МПа вычисляют по формулам:

прочность при растяжении (σ_{рм})

$$y_{рм} = \frac{F_{рм}}{A_0},$$

прочность при разрыве (σ_{рр})

$$y_{рр} = \frac{F_{рр}}{A_0},$$

предел текучести при растяжении (σ_{рт})

$$y_{рт} = \frac{F_{рт}}{A_0},$$

условный предел текучести (σ_{рту})

$$y_{рту} = \frac{F_{рту}}{A_0},$$

где F_{рм} – максимальная нагрузка при испытании на растяжение, Н;

F_{рр} – нагрузка, при которой образец разрушился, Н;

F_{рт} – растягивающая нагрузка при достижении предела текучести, Н;

F_{рту} – растягивающая нагрузка при достижении условного предела текучести, Н;

A₀ – начальное поперечное сечение образца, мм².

За результат испытания принимают среднее арифметическое не менее пяти определений, вычисляемое до третьей значащей цифры.

Удлинение (ε) в процентах вычисляют по формулам:

относительное удлинение при максимальной нагрузке (ϵ_{pm})

$$\epsilon_{pm} = \frac{\Delta l_{om}}{l_0} 100 ,$$

относительное удлинение при разрыве (ϵ_{pp})

$$\epsilon_{pp} = \frac{\Delta l_{op}}{l_0} 100 ,$$

относительное удлинение при пределе текучести (ϵ_{pt})

$$\epsilon_{pt} = \frac{\Delta l_{ot}}{l_0} 100 ,$$

где Δl_{om} – изменение расчетной длины образца в момент достижения максимальной нагрузки, мм;

Δl_{op} – изменение расчетной длины образца в момент разрыва, мм;

Δl_{ot} – изменение расчетной длины образца в момент достижения предела текучести, мм;

l_0 – начальная расчетная длина образца, мм.

За результат испытания принимают среднее арифметическое не менее пяти определений, округленное до двух значащих цифр.

Для каждого показателя вычисляют величину стандартного отклонения по ГОСТ 14359 – 69 с точностью, предусмотренной для вычисления среднего арифметического.

2.5 Определение предела прочности при сжатии

Цель работы: ознакомиться с принципом работы испытательной машины и методикой определения прочности образцов при сжатии.

Материалы: для испытания формовочных и прессовочных материалов используют стандартные образцы (тип полимера указывает преподаватель) в виде цилиндриков диаметром $10 \pm 0,5$ и высотой 15 или $30 \pm 0,5$ мм. Образцы для испытания слоистых материалов вырезают из плиты и придают им форму брусочка с основанием $10 \pm 0,5 \times 10 \pm 0,5$ и высотой 15 ± 1 мм.

Оборудование:

- испытательная машина (указать марку, тип или ГОСТ);
- весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200г с ценой деления $2 \cdot 10^{-4}$ г;
- штангенциркуль с точностью измерений до 0,1 мм.

Проведение испытания

Испытание проводят на универсальной машине, позволяющей подвергать образец сжатию при равномерно возрастающем усилии со скоростью 2,5 МПа в с до полного его разрушения и измерять нагрузку с точностью до 1%.

Предел прочности при сжатии определяется на стандартных образцах, имеющих определенную форму и размеры, и выражается в паскалях.

Испытания проводят на пяти образцах. Перед испытанием измеряют каждый образец и находят площади поперечного сечения их с точностью до $0,01 \text{ см}^2$. Испытуемый образец помещают между двумя плитами машины и подвергают действию возрастающего давления до полного его разрушения.

По циферблату отмечают нагрузку в килограммах, при которой образец разрушается.

Результаты испытаний вносят в таблицу.

Результаты испытаний полимера

№ п/п	h, м	b, м	S, м ²	q, Н	σ, Па

Обработка результатов

Предел прочности при сжатии рассчитывают по формуле

$$\sigma = q/S,$$

где q - нагрузка, при которой образец разрушился, Н

S - площадь поперечного сечения образца, м².

Вычисления производят с точностью до 1%. Результат округляют до целого числа. Для расчета берут среднее из пяти определений.

2.6. Определение содержания воды по методу Дина и Старка

Материалы. Исследуемое вещество (по выбору преподавателя).

Оборудование, посуда и реактивы

Прибор Дина – Старка

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Цилиндр вместимостью 100 см³.

Растворитель (толуол, бензол или ксилол).

Молотый фарфор.

Водяная баня.

Фарфоровая чашка.

Метод основан на отгонке воды из смеси исследуемого продукта с безводным растворителем. В качестве растворителя применяют бензол или толуол. Используемый при этом прибор (рис. 2.6) состоит из круглодонной колбы 1 емкостью 500 мл, холодильника 3, приемника-ловушки 2, представляющего собой градуированную цилиндрическую пробирку емкостью 10 мл с конической нижней частью.

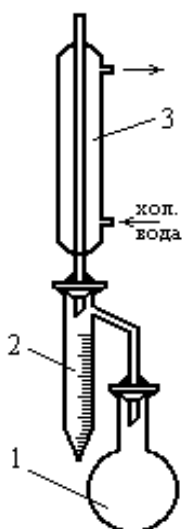


Рис. 2.6. Прибор для определения содержания воды по методу Дина - Старка

Проведение испытания

В чистую и сухую колбу прибора помещают 10 г испытуемого материала, взвешенного с точностью до 0,1 г, и прибавляют 100 мл растворителя. Затем в колбу опускают несколько стеклянных капилляров с одним запаянным концом для предотвращения толчков при нагревании. Колбу и холодильник укрепляют в штативе, в рубашку холодильника пускают воду и ведут подогрев колбы с включенным холодильником так, чтобы скорость выделения жидкости из трубки холодильника составляла 2 – 4 капли в 1с.

Конденсирующиеся в холодильнике пары стекают в пробирку, вода собирается в ее нижней части. Перегонку продолжают до тех пор, пока уровень воды в пробирке не перестанет повышаться. Если при этом растворитель остается мутным (диспергированные капельки воды), то колбу выдерживают 30 мин на водяной бане при температуре 60 - 70°C. После этого прозрачный растворитель охлаждают и определяют объем отогнанной воды.

Обработка результатов

Массовую долю воды ω (%) вычисляют по формуле

$$\omega = \frac{V}{m} 100,$$

где V - объем воды в приемнике-ловушке;

m - масса навески продукта.

ПРИМЕЧАНИЕ. При определении содержания воды по методу Дина – Старка необходимо соблюдать следующие меры безопасности:

- не должно быть открытого пламени и искрящего оборудования;
- в рабочем помещении должна обеспечиваться хорошая вентиляция;
- работу выполнять в маске или защитных очках.

В случае выброса растворителя необходимо немедленно отключить электрическую плитку и вентиляцию. Плитку накрыть асбестовым одеялом или засыпать песком.

2.7. Определение плотности гидростатическим взвешиванием

Материалы. Для измерения плотности отформованного изделия можно использовать стандартные образцы в виде брусков размером 10×15×120 мм или вырубать образцы размером 20×20×2 мм (по выбору преподавателя). Допускается испытание образцов произвольных размеров или целых изделий при условии, что их объем не менее 1 см³.

Оборудование, посуда и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г с ценой деления $2 \cdot 10^{-4}$ г.

Стеклянный стакан вместимостью 1000 см³.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709 – 72.

Тонкая проволока.

Подставка для стакана.

Проведение испытания

Образец, взвешенный с точностью до 0,001 г, прикрепляют тонкой проволокой к коромыслу весов и погружают в стеклянный стакан с дистиллированной водой при температуре $20 \pm 1^\circ\text{C}$ (рис.2.7).

При погружении образца в воду следят за тем, чтобы на его поверхности и на проволоке не было пузырьков воздуха, а сам образец не касался стенок и дна стеклянного стакана. Стакан ставят на специальную подставку, которая не должна касаться чашки весов. Опущенный в воду образец взвешивают с точностью до 0,001 г. Затем взвешивают проволоку без образца при том же уровне погружения.

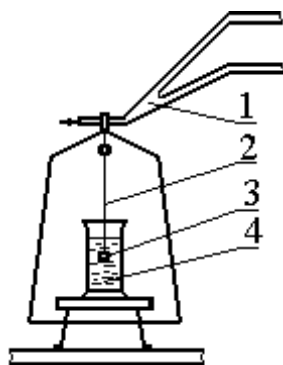


Рис. 2.7. Прибор для определения плотности гидростатическим методом:
1 – коромысло весов; 2 – проволока; 3 – образец; 4 – стакан с жидкостью

Результаты испытаний вносят в таблицу.

Образцов	Результаты испытаний полимера				ботка ре-
Плотности	№ п/п	m, кг	m ₁ , кг	ρ, кг/см ³	ность вы-
числяют по					формуле

$$\rho = \frac{m}{m(m_1 - m_2)} \rho_0,$$

где m - масса образца на воздухе, г;

m₁ - масса образца с проволокой в воде, г;

m₂ - масса проволоки, погруженной в воду, г;

ρ₀ - плотность воды при 20°C, г/см³.

За результат принимают среднее арифметическое трех определений.

3. АНАЛИЗ ОСНОВНОГО СЫРЬЯ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ТЕРМОРЕАКТИВНЫХ ПОЛИМЕРОВ

3.1. Анализ фенолоформальдегидных олигомеров резольного и новолачного типа.

3.1.1. Определение внешнего вида

Внешний вид олигомера определяют при (20 ± 5)°C визуальным просмотром испытываемой пробы в проходящем свете в пробирке.

В зависимости от результатов наблюдений отмечают: однородная вязкая жидкость, однородная маловязкая жидкость, без механических включений или с механическими включениями, сгустками. Отмечают цвет олигомера.

3.1.2. Определение массовой доли сухого остатка

Материалы. Фенолоформальдегидный олигомер (марка ФФО по выбору преподавателя).

Оборудование, посуда и реактивы

Бюкс из фольги для взятия навески.

Сушильный шкаф.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

В бюкс из фольги, взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г, помещают 1-2 г олигомера и взвешивают с той же погрешностью. Бюкс с олигомером ставят в сушильный шкаф, нагретый до 105±2 °C, и сушат олигомер при этой температуре. Через 2 ч бюкс вынимают и помещают в

эксикатор с прокаленным хлористым кальцием. После охлаждения до комнатной температуры бюкс взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Обработка результатов

Массовую долю сухого остатка X в процентах определяют по формуле

$$X = \frac{m - m_1}{m_2 - m_1} 100,$$

где m - масса бюкса с навеской олигомера после сушки, г;

m_1 - масса бюкса, г;

m_2 - масса бюкса с навеской олигомера до сушки, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,8 %, и записывают с точностью до десятых долей процента.

3.1.3. Определение условной вязкости

Материалы. Фенолоформальдегидный олигомер (марка ФФО по выбору преподавателя).

Оборудование, посуда и реактивы

Вискозиметр ВЗ – 4.

Стакан стеклянный емкостью 250 мл..

Секундомер.

Ход определения

Установочными винтами штатива вискозиметр устанавливают так, чтобы его верхний край был в горизонтальном положении. Под сопло ставят сосуд вместимостью не менее 110 мл. Отверстие сопла снизу закрывают пальцем. В вискозиметр наливают смолу так, чтобы образовался выпуклый мениск над верхним его краем. Избыток смолы и образовавшиеся пузырьки воздуха удаляют стеклянной пластинкой или палочкой, сдвигая их по верхнему краю в горизонтальном направлении. Затем открывают отверстие сопла и одновременно с появлением смолы из сопла включают секундомер. Секундомер останавливают в момент первого появления прерывающейся струи и отсчитывают время истечения с погрешностью не более 0,2 с.

Обработка результатов:

За величину условной вязкости X (с) принимают среднее арифметическое значений трех параллельных определений времени истечения смолы и вычисляют по формуле

$$X = \tau \cdot k,$$

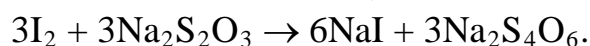
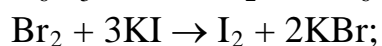
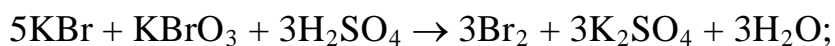
где τ - среднее арифметическое значений времени истечения смолы, с;
к - поправочный коэффициент вискозиметра, указанный в паспорте.

3.1.4. Определение массовой доли свободного фенола

Содержание свободного фенола – показатель, характеризующий токсичность смолы, а также глубину и характер процессов поликонденсации. Количество свободного фенола оказывает влияние на скорость отверждения фенолоформальдегидного олигомера. Чем больше свободного фенола, тем медленнее отверждаются смолы.

Определение этого показателя производится путем отгонки фенола от смолы паром с последующим воздействием на раствор фенола бромистыми соединениями.

Метод основан на способности брома замещать атомы водорода фенола в орто- и параположениях по отношению к гидроксильной группе с образованием трибромфенола. Избыток брома определяют при добавлении йодистого калия и титровании выделившегося йода тиосульфатом натрия. В качестве бромлирующего агента применяется раствор бромид-бромата калия, из которого при подкислении выделяется бром.



Реактивы и оборудование

Бромид-броматная смесь, 0,1 н раствор.

Иодид калия 10%-ный раствор.

Серная кислота, 1 н; 2 н растворы, или кислота соляная, 1 н; 2 н растворы.

Тиосульфат натрия, 0,1 н раствор.

Крахмал, 1%-ный раствор.

Колба мерная на 500 см³.

Колба коническая на 250 см³.

Колба круглодонная на 500 см³.

Холодильник стеклянный.

Бюретка вместимостью 50 см³.

Пипетки на 5 и 25 см³.

Мерные цилиндры на 15 и 25 см³.

Парообразователь.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

Навеску смолы около 2 г взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и переносят в круглодонную колбу вместимостью 500 см³. К навеске приливают 150 – 200 см³ дистиллированной воды и 10 – 15 см³ 1 н раствора серной кислоты.

Колбу соединяют с прямым холодильником, подают из парообразователя острый пар и свободный фенол отгоняют в мерную колбу. Конец отгона определяют по исчезновению помутнения бромной воды (берут 2 - 3 капли отгоняемой смеси и приливают бромную воду). В мерную колбу добавляют дистиллированную воду до метки, содержимое колбы перемешивают.

В две конические колбы вместимостью 250 см³ с притертыми пробками вносят по 25 см³ бромид-броматного раствора и 25 см³ 2 н раствора серной кислоты. Смесь тщательно взбалтывают и оставляют стоять 15 мин в темном месте при комнатной температуре. Затем прибавляют цилиндром по 15 см³ 10%-ного раствора йодистого калия, взбалтывают, оставляют на 10 мин в темном месте. После чего титруют 0,1 н раствором тиосульфата натрия до соломенного цвета, прибавляют 5 – 6 капель раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора. Параллельно в таких же условиях проводят контрольный опыт, но вместо отгона берут равное ему по объему количество дистиллированной воды.

Обработка результатов

Содержание свободного фенола X в % вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot 0,001567 \cdot 20 \cdot 100}{m},$$

где V₁ - объем точно 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольного опыта, мл;

V₂ - объем точно 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование рабочей пробы, мл;

m - масса навески смолы, г;

0,001567 - количество фенола, соответствующее 1 см³ точно 0,1 н раствора тиосульфата, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 %, и записывают с точностью до сотых долей процента.

3.1.5. Определение бромлируемых веществ

Сущность анализа заключается в том, что при воздействии на раствор смолы бромид-броматной смесью бром соединяется с продуктами неполной конденсации. Избыточный бром заменяется на эквивалентное количество йода, которое определяют титрованием раствором тиосульфата

натрия.

Реактивы и оборудование

Бромид-броматная смесь, 0,1 н раствор.

Натр едкий, 0,1 н раствор.

Иодид калия, 10%-ный раствор.

Серная кислота, 2 н раствор, или кислота соляная, 2 н раствор.

Тиосульфат натрия, 0,1 н раствор.

Крахмал, 1%-ный раствор.

Колба мерная на 250 см³.

Колба коническая на 250 см³.

Бюретка вместимостью 50 см³.

Пипетки на 5 и 25 см³.

Мерные цилиндры на 15 и 25 см³.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

Навеску смолы около 3 г взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и растворяют в дистиллированной воде. Полученный раствор в колбе доводят до метки и тщательно перемешивают. Отбирают пипеткой 5 см³ и переносят в коническую колбу с притертыми пробками, добавляют 25 см³ бромид-броматного раствора и 25 см³ 2 н раствора серной кислоты. Смесь тщательно взбалтывают и оставляют стоять 15 мин в темном месте. Затем прибавляют цилиндром 25 см³ 10%-ного раствора йодистого калия, взбалтывают, оставляют на 10 мин в темном месте. После чего титруют 0,1 н раствором тиосульфата натрия до соломенного цвета, прибавляют 5 – 6 капель раствора крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора. Параллельно проводят контрольный опыт, вместо исследуемого раствора берут 5 см³ дистиллированной воды.

Обработка результатов

Количество бромлируемых веществ X в % в пересчете на фенол вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) K 0,001567 \cdot 50 \cdot 100}{m},$$

где V₁ - объем точно 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольного опыта, мл;

V₂ - объем точно 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование рабочей пробы, мл;

K - поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора тиосульфата точно к 0,1 н;

m - масса навески смолы, г;

0,001567 - количество фенола, соответствующее 1 см³ точно 0,1 н раствора тиосульфата, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 %, и записывают с точностью до сотых долей процента.

3.1.6. Определение массовой доли щелочи

Реактивы и оборудование

Раствор смолы для определения бромлируемых веществ.

Натр едкий, 0,1 н раствор.

Серная кислота, 0,1 н раствор или кислота соляная, 0,1 н раствор.

Метиловый красный, 0,2 %-ный раствор.

Колба коническая на 250 см³.

Бюретка вместимостью 50 см³.

Пипетки на 5 и 25 см³.

Мерные цилиндры на 15 и 25 см³.

Ход определения

Из приготовленного раствора смолы для определения бромлируемых веществ отбирают пипеткой 25 см³ пробу и переносят в коническую колбу. Из бюретки приливают 25 см³ 0,1 н раствора серной или соляной кислоты и нагревают на плитке до обесцвечивания. Раствор охлаждают, добавляют 50 см³ дистиллированной воды, 2 – 3 капли метилрога и избыток кислоты оттитровывают 0,1 н раствором едкого натра.

Обработка результатов

Щелочность X в % в пересчете на едкий натр вычисляют по формуле

$$X = \frac{(25K_1 - VK_2)0,004 \cdot 10 \cdot 100}{m},$$

где 25 – объем 0,1 н раствора кислоты, см³;

K₁ - поправочный коэффициент для приведения раствора кислоты к концентрации 0,1 н;

V - объем 0,1 н раствора щелочи, израсходованный на титрование, мл;

K₂ – поправочный коэффициент для приведения раствора щелочи к концентрации 0,1 н;

m - масса навески смолы, г;

0,004 – содержание едкого натра, соответствующее 1 см³ точно 0,1 н раствора кислоты, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 %, и записывают с точностью до сотых долей процента.

3.1.7. Определение времени желатинизации

Оборудование, посуда и реактивы.

Специальный брусок размером $160 \times 160 \times 20$ мм³.

Электроплитка мощностью 600 – 800 Вт.

Трехсторонний экран.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный.

Секундомер.

Стеклянная палочка.

Латунный скребок.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

Электроплитку с расположенным на ней металлическим бруском, защищенным от охлаждения экраном, включают в электросеть и устанавливают необходимую для испытания температуру бруска (150 ± 2) °С.

Около 3 г смолы выливают в углубление плиты, имеющей температуру (150 ± 2) °С, и включают секундомер. Затем смолу равномерно распределяют стеклянной палочкой в пределах площади углубления и непрерывно перемешивают.

Когда смола начинает густеть, из нее периодически вытягивают нити на высоту не более 2 см. При дальнейшем нагревании смола теряет пластичность и нити обрываются. В этот момент секундомер останавливают. Время в секундах, прошедшее с момента нанесения смолы на плиту до момента обрыва нитей, принимают за время желатинизации.

За результат измерения принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 5 с. Результаты испытаний округляют до целого числа.

Для очистки плитки рекомендуется применять парафин, который наносят тонким слоем на горячую поверхность плиты. Затем снимают его вместе с остатками смолы латунным скребком, после чего плитку протирают чистой тканью.

3.2. Анализ карбамидоформальдегидных олигомеров

3.2.1. Определение внешнего вида

Внешний вид олигомера определяют при (20 ± 5) °С визуальным просмотром испытываемой пробы в проходящем свете в пробирке.

По другому варианту олигомер в количестве 25 – 50 г наливают в стакан вместимостью 50 – 100 см³. Опускают в олигомер стеклянную палочку, поднимают его над стаканом на 10 – 15 см и наблюдают струю стекающей с палочки жидкости. В зависимости от результатов наблюдений отмечают: однородная вязкая жидкость, однородная маловязкая жидкость, без механических включений или с механическими включениями, сгустками. Отмечают цвет олигомера.

3.2.2. Определение массовой доли сухого остатка

Материалы. Карбамидоформальдегидный олигомер (марка КФО по выбору преподавателя).

Оборудование, посуда и реактивы

Бюкс из фольги для взятия навески.

Сушильный шкаф.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

В бюкс из фольги, взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г, помещают 1-2 г олигомера и взвешивают с той же погрешностью. Бюкс с олигомером ставят в сушильный шкаф, нагретый до $105 \pm 2^\circ\text{C}$, и сушат олигомер при этой температуре. Через 2 ч бюкс вынимают и помещают в эксикатор с прокаленным хлористым кальцием. После охлаждения до комнатной температуры бюкс взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Обработка результатов

Массовую долю сухого остатка X в процентах определяют по формуле

$$X = \frac{m - m_1}{m_2 - m_1} 100,$$

где m - масса бюкса с навеской олигомера после сушки, г;

m_1 – масса бюкса, г;

m_2 - масса бюкса с навеской олигомера до сушки, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,8 %, и записывают с точностью до десятых долей процента.

3.2.3. Определение условной вязкости

При изготовлении и применении карбамидных смол пользуются показателем условной вязкости, определяемым временем истечения определенного объема смолы через калиброванное сопло стандартной воронки. Для этой цели используют вискозиметры ВЗ-1, ВЗ-4, ВЗ-246, выпускаемые по ГОСТ 9070-75. Диаметр сопла вискозиметра ВЗ-1 – 5,4 мм, ВЗ-4 - 4 мм, ВЗ-246 - имеет съемные сопла.

Материалы. Карбамидоформальдегидный олигомер (марка КФО по выбору преподавателя).

Оборудование, посуда и реактивы

Вискозиметр ВЗ – 4.

Стакан стеклянный емкостью 250 мл.

Секундомер.

Ход определения

Установочными винтами штатива вискозиметр устанавливают так, чтобы его верхний край был в горизонтальном положении. Под сопло ставят сосуд вместимостью не менее 110 мл. Отверстие сопла снизу закрывают пальцем. В вискозиметр наливают смолу так, чтобы образовался выпуклый мениск над верхним его краем. Избыток смолы и образовавшиеся пузырьки воздуха удаляют стеклянной пластинкой или палочкой, сдвигая их по верхнему краю в горизонтальном направлении. Затем открывают отверстие сопла и одновременно с появлением смолы из сопла включают секундомер. Секундомер останавливают в момент первого появления прерывающейся струи и отсчитывают время истечения с погрешностью не более 0,2 с.

Обработка результатов

За величину условной вязкости X (с) принимают среднее арифметическое значений трех параллельных определений времени истечения смолы и вычисляют по формуле

$$X = \tau \cdot k,$$

где τ - среднее арифметическое значений времени истечения смолы, с;
 k - поправочный коэффициент вискозиметра, указанный в паспорте.

3.2.4. Определение массовой доли свободного формальдегида визуальным методом

Сущность определения содержания свободного формальдегида заключается в реакции свободного формальдегида с сернистокислым натрием в кислой среде по следующей схеме:



Избыток кислоты титруют 0,1 н раствором едкого натра в присутствии тимолфталейна.

Материалы. Карбамидоформальдегидный олигомер (марка КФО по выбору преподавателя).

Оборудование, посуда и реактивы

Кислота соляная, ГОСТ 3118-77, 0,5 н раствор.

Натрия гидроокись, ГОСТ 4328-77, 0,1 н раствор или калия гидроокись, ГОСТ 24363-80, 0,1 н раствор;

Натрий сернистокислый (сульфит натрия) безводный или натрий сернистокислый кристаллический. Подкисленный раствор готовят следующим образом: 20 г безводного сернистокислового натрия или 40 г кри-

сталлического сернистоокислого натрия помещают в мерный стакан со 10 см³ дистиллированной воды и перемешивают. После полного растворения соли в стакан добавляют 25 см³ 0,5 н раствора соляной кислоты, тщательно перемешивают и выдерживают раствор около часа. Раствор стабилен в течение двух недель.

Вода дистиллированная, ГОСТ 6709-72.

Тимолфталейн, 0,1%-ный спиртовой раствор.

Стаканы вместимостью 150 и 1000 см³.

Колба коническая на 250 см³.

Пипетка на 20 см³.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Мерный цилиндр на 100 см³.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

Около 5 г смолы марок КФ–О, КФ–МТ-15 или 1 г смолы марок КФ–Б, КФ–БЖ, КФ–Ж взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г и помещают в коническую колбу вместимостью 250 см³.

В колбу со смолой добавляют цилиндром 100 мл дистиллированной воды и перемешивают. Допускается в растворе слабая муть. Затем пипеткой добавляют 20 мл кислого раствора сульфита натрия, перемешивают и быстро титруют 0,1 н раствором гидроокиси натрия в присутствии 5 капель тимолфталейна до появления бледно-голубой окраски.

Параллельно проводят контрольный опыт.

При проведении параллельных определений реактивы к каждой навеске добавляют непосредственно перед титрованием.

Обработка результатов

Массовую долю свободного формальдегида X в % вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_k - V_p)0,003 \cdot 100}{m},$$

где V_k - объем точно 0,1 н раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование контрольного опыта, мл;

V_p - объем точно 0,1 н раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование, мл;

m - масса навески смолы, г;

0,003 - количество свободного формальдегида, соответствующее 1 мл точно 0,1 н раствора щелочи, г/мл.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,05 %, и записывают с точностью до сотых долей процента.

3.2.5. Определение времени желатинизации

Оборудование, посуда и реактивы

Стаканы вместимостью 50 см³.

Пробирки.

Пипетка на 1 см³.

Секундомер.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный.

Стеклянная палочка.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Аммоний хлористый технический, 20%-ный раствор.

Ход определения

В стакане при (20 ± 1) °С взвешивают 5,0 г смолы с погрешностью не более 0,1 г, добавляют 0,25 мл 20 %-ного раствора хлористого аммония (1 % в пересчете на сухой хлористый аммоний) и тщательно перемешивают стеклянной палочкой в течение 5 мин. Приготовленный клеевой раствор в количестве 2 г переносят в пробирку, которую опускают в кипящую водяную баню так, чтобы уровень раствора в пробирке был на 10-20 мм ниже уровня воды в водяной бане. Включают секундомер. Клеевой раствор смолы непрерывно энергично перемешивают стеклянной палочкой до начала желатинизации. Время в секундах от момента погружения пробирки в кипящую воду до момента потери текучести клеевого раствора принимают за время желатинизации при 100°С. За результат измерения принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

3.2.6. Определение концентрации водородных ионов (рН)

Концентрацию водородных ионов определяют с помощью универсального индикатора.

3.2.7. Определение предельной смешиваемости с водой

Оборудование, посуда и реактивы

Цилиндр вместимостью 150 см³.

Вода дистиллированная.

Термометр ртутный стеклянный лабораторный.

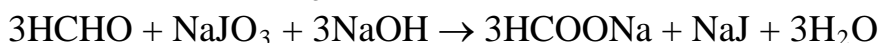
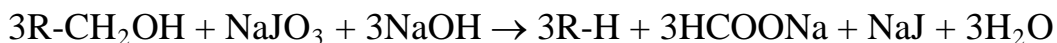
Ход определения

В цилиндр на 150 мл наливают 5 мл смолы и порциями по 5 мл добавляют воду при (20 ± 1) °С. После добавки каждой порции воды содержимое цилиндра встряхивают до полного смешивания смолы с водой. Отмечают соотношение смола : вода, при котором начинается коагуляция смолы.

Под коагуляцией понимают образование в смеси хлопьевидных частиц смолы, прилипающих к стенкам цилиндра и плохо смываемых водой (холодной).

3.2.8. Определение массовой доли метилольных групп

Сущность определения содержания метилольных групп заключается в реакции метилольных ($-\text{CH}_2\text{OH}$) групп и свободного формальдегида с йодом в щелочной среде по схеме:



Избыток йода титруют 0,1 н раствором тиосульфата натрия и определяют процентное содержание метилольных групп и свободного формальдегида. Вычитая из него содержание свободного формальдегида, найденное сульфитным методом, определяют содержание метилольных групп.

Реактивы и оборудование

Натрия гидроокись, 1 н раствор или калия гидроокись 1 н раствор.

Йод, 0,1 н раствор.

Кислота серная, 1 н раствор.

Тиосульфат натрия, 0,1 н раствор.

Крахмал, 0,1%-ный раствор.

Стаканы вместимостью 50 - 100 см³.

Колба коническая на 250 см³.

Колба мерная вместимостью 250 см³.

Мерный цилиндр на 25 см³.

Пипетки на 10 и 20 см³.

Бюретка вместимостью 25 см³.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

Навеску смолы около 1,3 г, взвешенную в стаканчике с погрешностью не более 0,0002 г, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³, растворяют в воде и доводят до метки. Пипеткой отбирают 10 см³ приготовленного раствора и переносят в колбу с притертой пробкой, прибавляют 20 см³ 0,1 н раствора йода и 10 см³ 1 н раствора едкого натра и оставляют в темном месте на 15 мин, плотно закрыв пробкой. Затем к раствору прибавляют 15 см³ 1 н раствора серной кислоты и выделившийся йод титруют 0,1 н раствором тиосульфата натрия до бледно-желтой окраски, добавляют несколько капель крахмала и продолжают титрование до обесцвечивания раствора. Параллельно проводят контрольный опыт.

Обработка результатов

Содержание метилольных групп X_1 в процентах вычисляют по

формуле

$$X_1 = \frac{(V_k - V_p)0,0015 \cdot 100 \cdot 25}{m} - X,$$

где V_k - объем точно 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольной пробы, мл;

V_p - объем точно 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование рабочей пробы, мл;

0,0015 - количество формальдегида, соответствующее 1 мл 0,1 н раствора тиосульфата натрия, г/мл;

m - масса смолы, г;

X - содержание свободного формальдегида, установленное сульфитным методом, %.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,1 %, и записывают с точностью до сотых долей процента.

3.3. Анализ эпоксидных смол

3.3.1. Определение внешнего вида

Внешний вид смолы определяют при $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$ визуальным просмотром испытываемой пробы в проходящем свете в пробирке.

В зависимости от результатов наблюдений отмечают: однородная вязкая жидкость, однородная маловязкая жидкость, без механических включений или с механическими включениями, сгустками. Отмечают цвет смолы.

3.3.2. Определение массовой доли эпоксидных групп

Реактивы и оборудование

Эпоксидная смола (марка по выбору преподавателя).

Натрия гидроокись, 0,1 н раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Ацетон, диоксан или диметилформамид.

Ацетоновый раствор соляной кислоты готовят смешением 1 мл соляной кислоты с 40 мл ацетона, раствор годен в течение 8 ч.

Метиловый красный (индикатор), 0,1%-ный раствор.

Пипетка на 10 см³.

Колба коническая на 100 мл с пришлифованной пробкой.

Мерный цилиндр на 25 мл.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

Навеску смолы от 0,1 до 0,5 г взвешивают в конической колбе с точностью до 0,002 г и добавляют 5 мл ацетона, диоксана или диметилформа-

мида, если продукт в ацетоне не растворяется. Пипеткой добавляют 10 мл ацетонового раствора соляной кислоты и колбы закрывают пробками. Смесь выдерживают при комнатной температуре в течение 30 мин. После истечения времени выдержки в колбу вносят 2 – 3 капли метилового красного и титруют содержимое раствором гидроокиси натрия 0,1 н до исчезновения красной окраски. Параллельно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же реактивами, но без анализируемого продукта.

Обработка результатов

Массовую долю эпоксидных групп X в % вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2)K0,0043 \cdot 100}{m},$$

где V_1 – объем 0,1 н раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование контрольного опыта;

V_2 – объем 0,1 н раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование анализируемой пробы;

K – поправочный коэффициент для 0,1 н гидроокиси натрия;

0,0043 – масса эпоксидных групп, соответствующая 1 см³ 0,1 н раствора титранта, г;

m – масса навески анализируемого вещества, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,3%.

Эпоксидный эквивалент (масса вещества, которая содержит 1 моль эпоксигруппы) (X_1) в г/моль вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{1000m}{VN}$$

или

$$X_1 = \frac{43 \cdot 1000}{X},$$

где V – объем титранта, равный $V_1 - V_2$;

N – нормальность раствора титранта;

X – массовая доля эпоксидных групп, %.

3.3.3. Определение динамической вязкости

Реактивы и оборудование

Эпоксидная смола (марка по выбору преподавателя).

Вискозиметр капиллярный ВПЖ-1 (капилляр диаметром 5, 10 мм) и ВПЖ-2 (капилляр диаметром 4,66 мм).

Штатив для закрепления вискозиметра.

Термостат, обеспечивающий температуру испытания ($25 \pm 0,1$) или ($50 \pm 0,1$) °С.

Термометр лабораторный.

Шкаф сушильный.

Секундомер.

Ход определения

Чистый и высушенный вискозиметр заполняют смолой (смолу марок ЭД-16 и ЭД-14 предварительно выдерживают в сушильном шкафу при температуре $(90 \pm 0,5)^\circ\text{C}$ в течение 1 ч). Заполненный вискозиметр вертикально устанавливают в термостате и укрепляют в штативе так, чтобы он находился на расстоянии не менее чем 20 мм от дна термостата, а уровень термостатирующей жидкости не менее чем на 25 мм был выше верхней метки измерительного резервуара вискозиметра. Заполненный вискозиметр выдерживают в термостате при заданной температуре примерно 30 мин. При наличии пузырьков воздуха в смоле время термостатирования увеличивают до полного их исчезновения.

Определение динамической вязкости проводят не менее 3 раз.

Время перемещения мениска от верхней метки до нижней при свободном истечении исследуемого образца определяют с точностью до 0,2 с.

Обработка результатов

Кинематическую вязкость смолы η_1 , ($\text{мм}^2/\text{с}$) вычисляют по формуле

$$\eta_1 = c \cdot \tau,$$

где c – постоянная вискозиметра, $\text{мм}^2/\text{с}$;

τ – среднее арифметическое время истечения исследуемой смолы, с.

Динамическую вязкость η , ($\text{МПа} \cdot \text{с}$) вычисляют по формуле

$$\eta = \eta_1 \cdot \rho,$$

где η_1 – кинематическая вязкость, $\text{мм}^2/\text{с}$;

ρ – плотность при температуре $(25 \pm 0,1)$ и $(50 \pm 0,1)^\circ\text{C}$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать $0,8 \text{ Па} \cdot \text{с}$.

3.3.4. Определение содержания нелетучих и летучих веществ в эпоксидных смолах и композициях

Оборудование, посуда и реактивы

Эпоксидная смола (марка по выбору преподавателя).

Бюкс из фольги.

Сушильный шкаф.

Эксикатор.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

В бюкс из фольги, взвешенный с погрешностью не более 0,0002 г, помещают 1 г олигомера и взвешивают с той же погрешностью. Бюкс со смолой ставят в сушильный шкаф, нагретый до $130 \pm 2^\circ\text{C}$, и сушат смолу при этой температуре. Через 5 мин бюкс вынимают и помещают в эксикатор с прокаленным хлористым кальцием. После охлаждения до комнатной температуры (в течение 30 мин) бюкс взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г.

Для улетучивания основной части растворителя разбавленные эпоксидные смолы предварительно сушат в вытяжном шкафу при комнатной температуре в течение 1 ч, а затем в сушильном шкафу, как и неразбавленные смолы.

Обработка результатов

Массовую долю нелетучих веществ (сухого остатка) X в процентах определяют по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m)100}{m_1 - m},$$

где m - масса бюкса, г;

m_1 - масса бюкса с навеской смолы до сушки, г;

m_2 - масса бюкса с навеской смолы после сушки, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, допустимое расхождение между которыми не должно превышать 0,3 %.

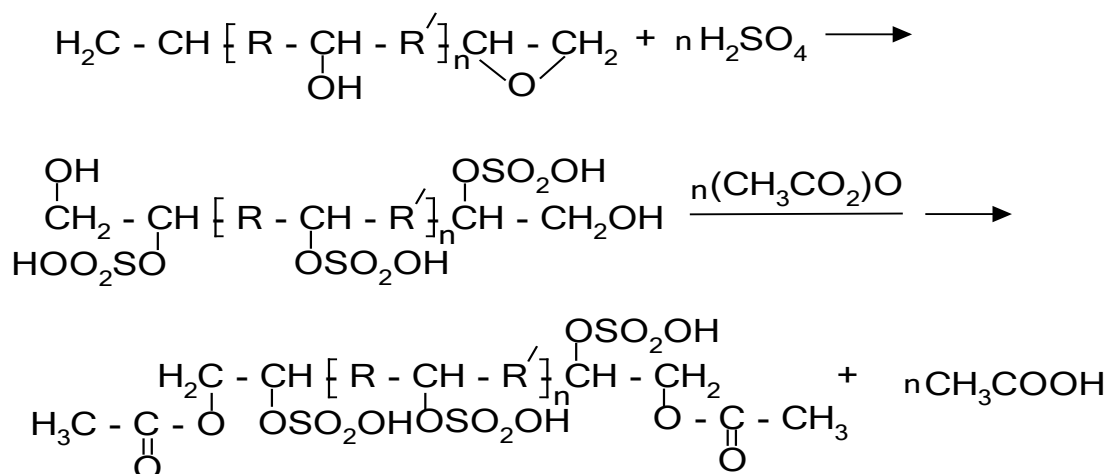
Массовую долю летучих веществ X_1 в процентах определяют по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2)100}{m_1 - m}.$$

3.3.5. Определение содержания гидроксильных групп в эпоксидных смолах и эпоксидированных соединениях

Сущность метода заключается в ацетилировании гидроксильных групп, содержащихся в смоле и образовавшихся из эпоксидного кольца при расщеплении его под действием ацетилирующей смеси, состоящей из пиридина, уксусного ангидрида и серной кислоты.

Реакция протекает по следующей схеме:



Реактивы и оборудование

Эпоксидная смола (марка по выбору преподавателя).

Пиридин чистый.

Ангидрид уксусной кислоты.

Кислота серная.

Натрия гидроокись, 0,5 н водный раствор.

Кислота соляная по ГОСТ 3118-77.

Фенолфталеин 1%-ный спиртовой раствор.

Пипетка на 5 см³.

Бюретка на 50 см³.

Цилиндр.

Колба коническая на 250 мл с пришлифованной пробкой.

Мерный цилиндр на 50 мл.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

Навеску смолы от 0,1 - 0,2 г взвешивают в конической колбе с точностью до 0,002 г и добавляют пипеткой 5 мл свежеприготовленной ацетилирующей смеси. Плотнo закрывают колбу пробкой и круговым вращением растворяют навеску. После растворения колбу помещают в термoшкаф, нагретый до температуры 76 - 78°C, и выдерживают в нем в течение 1,5 ч.

Через 1,5 ч колбу вынимают из термoшкафа, охлаждают 5 – 10 мин, после чего цилиндром добавляют в колбу 50 см³ дистиллированной воды и выдерживают в течение 50 мин для полного превращения уксусного ангидрида в уксусную кислоту.

В колбу вносят пипеткой 4 – 5 капель фенолфталеина и титруют содержимое колбы 0,5 н раствором гидроокиси натрия до появления розовой окраски. Параллельно проводят контрольный опыт в тех же условиях и с теми же реактивами, но без анализируемого продукта.

Обработка результатов

Содержание гидроксильных групп (X) в % вычисляют по формуле

$$x = z - y:$$
$$z = \frac{(V_0 - V)K0,0085 \cdot 100}{G} = \frac{(V_0 - V)K0,85}{G},$$
$$y = 2 \text{ э } 0,395 = 0,79 \text{ э } ,$$

где z – сумма гидроксильных групп, состоящая из количества гидроксильных групп, содержащихся в смоле, и количества гидроксильных групп, образовавшихся из эпоксидных групп при их расщеплении, %;

V_0 – объем точно 0,5 н раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование контрольного опыта, мл;

V – объем точно 0,5 н раствора гидроокиси натрия, израсходованный на титрование анализируемой пробы, мл;

K – поправочный коэффициент для 0,5 н гидроокиси натрия;

0,0085 – количество гидроксильных групп, соответствующее 1 см³ точно 0,5 н раствора гидроокиси натрия, г;

G – масса навески анализируемого вещества, г;

y – количество гидроксильных групп, образовавшихся при расщеплении эпоксидных групп, %;

э – содержание эпоксидных групп в продукте, %;

0,395 – коэффициент пересчета эпоксидных групп на гидроксильные группы;

2 – коэффициент расхода двух эквивалентов кислоты на расщепление эпоксидных групп до гидроксила и его ацетилирование.

4. АНАЛИЗ И ИЗУЧЕНИЕ СВОЙСТВ ВСПОМОГАТЕЛЬНЫХ ВЕЩЕСТВ, ПРИМЕНЯЕМЫХ ДЛЯ ПОЛУЧЕНИЯ КОМПОЗИЦИОННЫХ МАТЕРИАЛОВ НА ОСНОВЕ ТЕРМОПЛАСТИЧНЫХ И ТЕРМОРЕАКТИВНЫХ ПОЛИМЕРОВ

4.1. Анализ отвердителей аминного типа

4.1.1. Определение внешнего вида

Внешний вид отвердителя определяют при (20 ± 5)°С визуальным просмотром испытываемой пробы в проходящем свете в пробирке.

В зависимости от результатов наблюдений отмечают: однородная вязкая жидкость, однородная маловязкая жидкость, без механических включений или с механическими включениями, сгустками. Отмечают цвет отвердителя.

4.1.2. Определение совместимости отвердителя с эпоксидными смолами

Реактивы и оборудование

Отвердитель (по выбору преподавателя).

Эпоксидная смола ЭД – 20.

Стеклопластиковая пластинка размером $(90 \times 120 \times 1,2)$ мм.

Стеклопластиковый стакан на 50 см^3 .

Стеклопластиковая палочка.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

Совместимость отвердителя с эпоксидными смолами определяют при температуре $(20 \pm 2)^\circ\text{C}$. Одну весовую часть отвердителя (2 г) взвешивают в стеклопластиковом стаканчике, добавляют одну весовую часть эпоксидной смолы и тщательно перемешивают стеклопластиковой палочкой в течение 5 мин. Затем наливом переносят на чистую сухую стеклопластиковую пластину, устанавливают под углом 45° и выдерживают 30 мин. В проходящем и отраженном свете пленка должна быть ровной, прозрачной.

4.1.3. Определение времени желатинизации

Оборудование, посуда и реактивы

Отвердитель (по выбору преподавателя).

Смола эпоксидная ЭД – 20.

Выпарительная чашка.

Часовое стекло.

Секундомер.

Термометр ртутный стеклопластиковый лабораторный.

Стеклопластиковая палочка.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

В выпарительной чашке взвешивают $(10,0 \pm 0,1)$ г эпоксидной смолы и нагревают в термостате до температуры $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$. На часовом стекле взвешивают $(2,0 \pm 0,1)$ г отвердителя, нагретого до той же температуры, что и смола, и вводят его в чашку с разогретой смолой и тщательно перемешивают стеклопластиковой палочкой в течение 3 мин.

Чашку с полученной композицией устанавливают в термостат, нагретый до температуры $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$, проводят наблюдение за нарастанием вязкости композиции путем вытягивания нитей при помощи стеклопластиковой палочки и фиксируют момент обрыва нитей.

За результат принимают время с момента смешения смолы с отвердителем до обрыва нитей.

4.1.4. Определение массовой доли титруемого азота

Метод основан на определении азота путем титрования спиртовым раствором хлорной кислоты в присутствии индикатора бромфенолового синего.

Реактивы и оборудование

Отвердитель (по выбору преподавателя).

Кислота хлорная, 0,1 н раствор.

Спирт этиловый ректификованный.

Индикатор бромфениловый синий, 0,1%-ный раствор.

Колба коническая на 250 мл с пришлифованной пробкой.

Мерный цилиндр на 25 мл.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

Навеску отвердителя ($0,1500 \pm 0,500$) г, взвешенного с точностью до 0,002 г, помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают цилиндром (25 ± 5) мл этилового спирта, прибавляют 4 – 6 капель раствора индикатора бромфенолового синего и титруют раствором хлорной кислоты 0,1 н до появления устойчивой желтой окраски. Одновременно проводят контрольный опыт.

Обработка результатов

Массовую долю титруемого азота X в % вычисляют по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2)K0,0014 \cdot 100}{m},$$

где V_1 – объем 0,1 н раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование контрольного опыта;

V_2 – объем 0,1 н раствора хлорной кислоты, израсходованный на титрование анализируемой пробы;

K – поправочный коэффициент для 0,1 н раствора хлорной кислоты;

0,0014 – масса азота, соответствующая 1 см³ 0,1 н раствора хлорной кислоты, г;

m – масса навески анализируемого вещества, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, расхождение между которыми не должно превышать 0,3 %.

4.2. Анализ наполнителей

4.2.1. Определение насыпной плотности и удельного объема

Материалы. Тип наполнителя указывает преподаватель.

Оборудование, посуда и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Цилиндр вместимостью 200 см³.

Шпатель.

Проведение испытания

В предварительно взвешенный (с точностью до 0,1 г) цилиндрический сосуд емкостью 200 см³ свободно без встряхивания и постукивания насыпать пресс-порошок. Избыток материала удалить шпателем. Наполненный сосуд снова взвесить.

Обработка результатов

Удельный объем порошка (см³/г) вычисляют по формуле

$$V_{\text{уд}} = \frac{200}{G},$$

где G - масса порошка в объеме цилиндра.

Насыпная плотность (г/см³):

$$\rho_n = \frac{G}{200} = \frac{1}{V_{\text{уд}}}.$$

Удельный объем и насыпная плотность вычисляются как среднее арифметическое по данным двух определений.

4.2.2. Определение содержания влаги и летучих веществ

Материалы. Тип наполнителя указывает преподаватель.

Оборудование, посуда и реактивы

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Бюкс.

Шкаф сушильный.

Проведение испытания

В предварительно взвешенный сухой бюкс помещают образец массой около 5 г (с точностью до 0,001 г), закрывают крышкой и взвешивают на аналитических весах. Затем помещают бюкс с приоткрытой крышкой в сушильный шкаф при $105 \pm 2^\circ\text{C}$ на 30 мин.

Вынимают бюкс из сушильного шкафа и помещают в эксикатор на 30 мин для охлаждения, затем снова взвешивают.

Обработка результатов

Для расчета берут среднее из двух определений. Содержание летучих веществ x (%) рассчитывают по формуле

$$x = \frac{(a - b)100}{a - c},$$

где a - масса бюкса с навеской до сушки, г;

b - масса бюкса с навеской после сушки, г;

c - масса пустого бюкса, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое определений.

4.2.3. Определение степени дисперсности и однородности

Материалы. Порошок (тип наполнителя указывает преподаватель).

Оборудование, посуда и реактивы

Стандартные сита (ГОСТ 3584-73) высотой 25 - 50 мм и диаметром 200 мм.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Щетка.

Проведение испытания

Степень дисперсности обычно определяют ситовым анализом.

Берется навеска 50 г испытуемого материала, переносят его на чистое, сухое сито, предварительно вставленное в поддон. Сито закрывают крышкой и материал просеивают при помощи встряхивания. Материал, прошедший через сито, подвергают дальнейшему просеиванию через сито с меньшим размером ячеек. Фракцию, оставшуюся на сите, высыпают в приемник или на лист бумаги, после чего сито очищают щеткой с обеих сторон и легкими ударами ладони по обечайкам удаляют застрявшие в сетке частицы, которые присоединяют к крупной фракции. Фракции, полученные после указанных операций, взвешивают с точностью до 0,01 г и рассчитывают содержание каждой фракции в процентах. Потери при ситовом анализе не должны превышать 1% от общего количества испытуемого материала.

Результаты испытаний вносят в таблицу.

Результаты испытаний полимера

№ п/п	m, г	m ₁ , г	ω, %

Обработка результатов

Массовую долю остатка на сите ω (%) вычисляют по формуле

$$w = \frac{m100}{m_1},$$

где - m - масса остатка материала на сите, г;

m₁ - масса взятого для просеивания порошка, г.

За результат принимают среднее арифметическое из двух определений, которые не должны отличаться более чем на 0,05%.

4.3. Анализ пигментов

4.3.1. Определение масляного числа

Реактивы и оборудование

Пигмент (тип пигмента указывает преподаватель).

Дибутилфталат.

Фарфоровая чашка.

Микробюретка на 2 см³.

Лопатка стеклянная.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

Навеску пигмента около 1 г, взвешенную с точностью до 0,01 г, помещают в фарфоровую чашку и приливают в нее из микробюретки по каплям дибутилфталат. После добавления каждой капли смесь двуокиси титана и дибутилфталата тщательно растирают лопаткой до исчезновения со стенок чаши маслянистых следов дибутилфталата.

Дибутилфталат прекращают добавлять в тот момент, когда соберется вся навеска пигмента, при этом полученная лепешка не должна ломаться или разделяться при легком надавливании.

При проведении параллельного испытания в фарфоровую чашку приливают сразу 80 - 90 % от вводимого дибутилфталата, израсходованного для проведения первого испытания, а затем по каплям оставшийся дибутилфталат. Продолжительность растирания смеси 4 - 6 мин.

Обработка результатов

Масляное число X_5 (мл/100 г) вычисляют по формуле

$$X_5 = 100V,$$

где V - объем абсорбированного дибутилфталата, мл.

Разность между значениями, полученными при проведении двух параллельных определений, не должна превышать 6 мл/100 г.

4.3.2. Определение содержания влаги (см. п. 4.2.2.)

4.4. Анализ пластификаторов

4.4.1. Определение кислотного числа

Кислотное число показывает массу гидроксида калия, необходимую для нейтрализации свободных кислот, содержащихся в 1 г эфира.

Реактивы и оборудование

Этиловый спирт.

Гидроокись калия, 0,1 н раствор.

Соляная кислота, $\rho=1,19$.

Фенолфталеин, 1%-ный спиртовой раствор.

Бюкс для взятия навески.

Колба коническая на 250 мл.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

Навеску пластификатора ≈ 10 г, взятую с точностью до 0,0002 г, помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, растворяют в 50 мл этилового спирта и титруют полученный раствор 0,1 н раствором гидроокиси калия в присутствии фенолфталеина до появления светло-розовой окраски.

Обработка результатов

Кислотное число вычисляют по формуле

$$\text{к.ч.} = \frac{5,6 V K}{m},$$

где V – объем 0,1 н раствора гидроксида калия, израсходованный на титрование пробы;

K – поправочный коэффициент для 0,1 н раствора гидроксида калия;

m – масса навески пробы;

5,6 – масса гидроксида калия в 1 см³ 0,1 н раствора, мг.

За результат испытания принимают среднее арифметическое не менее двух определений.

4.4.2. Определение числа омыления

Число омыления показывает, какая масса гидроксида калия необходима для нейтрализации свободных и связанных кислот, содержащихся в 1 г эфира. Для определения числа омыления пластификатор обрабатывают избытком спиртового раствора щелочи до полного омыления и титруют избыток щелочи раствором кислоты в присутствии фенолфталеина.

Реактивы и оборудование

Гидроксид калия, 0,5 н спиртовый раствор.

Соляная кислота, 0,5 н раствор.

Фенолфталеин, 1%-ный спиртовый раствор.

Бюкс для взятия навески.

Колба коническая на 250 мл с пришлифованным шариковым холодильником.

Пипетка на 50 мл.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

Навеску пластификатора ≈ 1 г, взятую с точностью до 0,0002 г, помещают в коническую колбу емкостью 250 мл; приливают пипеткой 50 мл 0,5 н раствора гидроксида калия в этиловом спирте, присоединяют к колбе обратный холодильник и нагревают на водяной бане в течение 2 ч. Охла-

ждают и титруют 0,5 н раствором соляной кислоты в присутствии фенолфталеина до исчезновения розовой окраски. Одновременно в тех же условиях проводят контрольный опыт.

Обработка результатов

Число омыления (ч.о.) вычисляют по формуле

$$\text{ч.о.} = \frac{(V_1 - V_2) K \cdot 28,05}{m},$$

где – V_1 – объем 0,5 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование в контрольном опыте;

V_2 – объем 0,5 н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование пробы;

K – поправочный коэффициент для 0,5 н раствора соляной кислоты;

m – масса навески пробы;

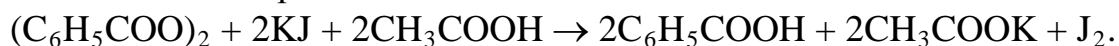
28,05 – масса гидроксида калия в 1 см³ 0,5 н раствора соляной кислоты, мг.

За результат испытания принимают среднее арифметическое не менее двух определений.

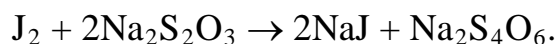
4.5. Анализ пенообразователей

4.5.1. Определение массовой доли пероксида бензоила

Количественное определение основано на способности пероксида бензоила в кислой среде выделять йод из иодида калия:



Выделяющийся в результате реакции йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия:



Молярная масса эквивалента пероксида бензоила равна $1/2$ массе его моля.

Реактивы и оборудование

Ацетон.

Уксусная кислота ледяная.

Иодид калия насыщенный раствор.

Тиосульфат натрия, 0,1 н раствор.

Крахмал, 1%-ный раствор.

Колбы конические на 150 мл с пришлифованной пробкой.

Градуированная пипетка на 5 мл.

Цилиндры на 10 и 25 мл.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

Навеску перекиси бензоила $\approx 0,2$ г, взятую с точностью до 0,0002 г, растворяют в конической колбе в 10 мл ацетона, добавляют 3 мл насыщенного раствора иодида калия и подкисляют несколькими каплями уксусной кислоты. Через 20 - 25 мин раствор разбавляют 15 мл воды и оттитровывают выделившийся йод 0,1 н раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала, добавляемого в конце титрования. Параллельно в тех же условиях проводят контрольный опыт. Массовую долю пероксида бензоила ω (%) вычисляют по формуле

$$\omega = \frac{(V_1 - V_2) K 0,01211 400}{m},$$

где V_1 - объем 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование пробы, см^3 ;

V_2 - объем 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование в контрольном опыте, см^3 ;

K - коэффициент поправки для 0,1 н раствора тиосульфата натрия;

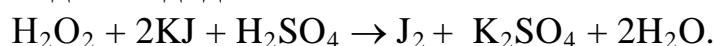
0,01211 - масса пероксида бензоила, соответствующая 1 см^3 точно 0,1 н раствора тиосульфата натрия, г;

m - масса навески пероксида бензоила, г.

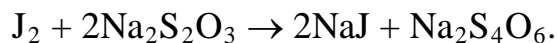
За результат испытания принимают среднее арифметическое не менее двух определений.

4.5.2. Определение массовой доли пероксида водорода

Определение основано на способности пероксида водорода в кислой среде выделять йод из иодида калия:



Выделившийся в результате реакции йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия:



Молярная масса эквивалента пероксида водорода равна $1/2$ массы его моля.

Реактивы и оборудование

Иодид калия, 2 %-ный раствор.

Серная кислота, $\rho=1,23$.

Тиосульфат натрия, 0,1 н раствор.

Крахмал, 1%-ный раствор.

Колба мерная на 100 мл.

Колба коническая на 250 мл с пришлифованной пробкой.

Пипетка на 10 мл.

Мерный цилиндр на 100 мл.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

Взвешивают $\approx 0,2$ г пергидроля с точностью до 0,0002 г, помещают в мерную колбу емкостью 100 мл и доливают водой до метки. В коническую колбу емкостью 250 мл вносят цилиндром 100 мл 2 %-ного раствора иодида калия и 30 мл серной кислоты плотностью 1,23, а затем пипеткой 10 мл тщательно перемешанного раствора пероксида водорода. Через 15 мин выделившийся йод оттитровывают 0,1 н раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала, добавляемого в конце титрования. Параллельно в тех же условиях проводят контрольный опыт. Массовую долю пероксида водорода $\omega(\%)$ вычисляют по формуле

$$w = \frac{(V_1 - V_2) K 0,0017 400}{m},$$

где V_1 - объем 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование пробы, см^3 ;

V_2 - объем 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование в контрольном опыте, см^3 ;

K - коэффициент поправки для 0,1 н раствора тиосульфата натрия;

0,0017 - масса пероксида водорода, соответствующая 1 см^3 точно 0,1 н раствора тиосульфата натрия, г;

m - масса навески пероксида водорода, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое не менее двух определений.

4.6. Анализ антипиренов

4.6.1. Определение массовой доли свободного трикрезола в трикрезилфосфате

Трикрезол бромруют раствором бромид-бромата в кислой среде. Избыток брома титруют иодометрически.

Реактивы и оборудование

Гидроксид натрия, 2,5%-ный раствор.

Бромид-бромат 0,1 н раствор.

Соляная кислота, $\rho=1,19$.

Иодид калия, 10 %-ный раствор.

Тиосульфат натрия, 0,1 н раствор.

Крахмал, 1%-ный раствор.

Бюкс для взятия навески.

Колба мерная на 250 мл.

Колба коническая на 250 мл с пришлифованной пробкой.

Пипетки на 25 и на 100 мл.

Мерные цилиндры на 10 и 50 мл.

Весы лабораторные общего назначения 2 кл. точности с НВП 200 г.

Ход определения

Около 10 г трикрезилфосфата, взвешенного с точностью до 0,002 г, помещают в коническую колбу емкостью 250 мл, приливают 50 мл 2,5 %-ного раствора гидроксида натрия, нагретого до 65 - 70°C, и тщательно перемешивают в течение 3 мин. Содержимое переносят в мерную колбу емкостью 250 мл и разбавляют дистиллированной водой до метки. Отбирают 100 мл полученного раствора, помещают в коническую колбу с притертой пробкой, прибавляют 25 мл 0,1 н раствора бромит-бромата калия, выдерживают во льду в течение 10 мин и подкисляют 5 мл концентрированной соляной кислоты. Колбу закрывают пробкой, встряхивают и оставляют стоять 15 мин, после чего прибавляют 10 мл 10%-ного раствора иодида калия и через 15 мин титруют выделившийся йод 1 н раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала. Одновременно проводят контрольный опыт.

Обработка результатов

Массовую долю свободного трикрезола ω (%) вычисляют по формуле

$$w = \frac{(V_1 - V_2) K 0.00181 250 400}{m 400},$$

где V_1 – объем 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование контрольного опыта;

V_2 – объем 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование анализируемой пробы;

K – поправочный коэффициент для 0,1 н раствора тиосульфата натрия;

0,00181 – масса трикрезола, соответствующая 1 см³ 0,1 н раствора тиосульфата натрия, г;

m – масса навески мономера, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое не менее двух определений.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. ГОСТ 11645-73. Определение показателя текучести расплава термопластов [Текст].
2. ГОСТ 4647-80. Определение ударной вязкости [Текст].
3. ГОСТ 4648-71. Пластмассы. Метод испытания на статический изгиб [Текст]. М.: Изд-во стандартов, 1992.- С. 11.
4. ГОСТ 9550-81. Определение модуля упругости при изгибе [Текст].
5. ГОСТ 11262-80. Пластмассы. Метод испытания на растяжение [Текст]. М.: Изд-во стандартов, 1986.- С. 14.
6. ГОСТ 6806-73. Пластмассы. Метод испытания на сжатие [Текст].
7. ГОСТ 14870-77. Продукты химические. Методы определения воды [Текст]. М.: Изд-во стандартов, 1989.- С. 22.
8. ГОСТ 15139-69. Определение плотности гидростатическим взвешиванием [Текст]. М.: Изд-во стандартов, 1988.- С. 17.
9. ГОСТ 10587-84. Смолы эпоксидно-диановые неотвержденные. Технические условия [Текст]. М.: Изд-во стандартов, 1989.- С. 17.
10. Гурова, Т.А. Технический контроль производства пластмасс и изделий из них: учеб. пособие для хим.-технол. техникумов [Текст] / Т.А. Гурова. М.: Высш. шк., 1991. – С. 225.
11. Калинин, Э.П. Выбор пластмасс для изготовления и эксплуатации изделий: справочник [Текст] / Э.П. Калинин, М.Б. Саковцева. - Л.: Химия, 1987. – С. 414.
12. Каменев, Е.И. Применение пластмасс: справочник [Текст] / Е.И. Каменев [и др.]. - Л.: Химия, 1985. – С. 448.
13. Крыжановский, В.К. Технические свойства полимерных материалов: учебно-справочное пособие [Текст] / В.К. Крыжановский, В.В. Бурлов, А.Д. Паниматченко, Ю.В. Крыжановская. СПб: Профессия, 2007. 240 с.
14. Кулезнев, В.Н. Основы технологии переработки пластмасс [Текст] / В.Н. Кулезнев, С.В. Власов, А.Б. Кандырин; под ред. В.Н. Кулезнева. М.: Химия, 2004. 600 с.
15. Макаров, В.Г. Промышленные реактопласты и смолы [Текст] / В.Г. Макаров, В.Б. Коптенармусов. М.: Химия, 2006. 256 с.
16. Макаров, В.Г. Промышленные термопласты: справочник [Текст] / В.Г. Макаров, В.Б. Коптенармусов М: ХИМИЯ, КолоС, 2003. 208 с.
17. Энциклопедия полимеров [Текст] – М.: Сов. энциклопедия, 1972. Т. 1. – С. 1224; 1974. Т. 2. – С. 1032; 1977. Т. 3. – С. 1152.

ПРИЛОЖЕНИЕ

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
УРАЛЬСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ЛЕСОТЕХНИЧЕСКИЙ
УНИВЕРСИТЕТ (УГЛТУ)

Кафедра технологии переработки пластмасс (ТППМ)

УТВЕРЖДАЮ
Профессор кафедры ТППМ,
к.х.н.
_____ В.М. Балакин
25.02.08 г.

ОТЧЕТ
О ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ
по дисциплине
«Сырье и материалы для производства полимерных композитов»
на тему «Основные типы термопластичных полимеров, применяемые
для получения композиционных материалов»

Студент гр. ИЭФ-41

(подпись)

И.И. Иванов

Екатеринбург
2008